

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-188647

(43)Date of publication of application : 13.07.1999

(51)Int.Cl.

B24D 11/00

B24D 3/34

C08L101/00

(21)Application number : 09-356802

(71)Applicant : FUJI PHOTO FILM CO LTD

(22)Date of filing : 25.12.1997

(72)Inventor : RYOMO KATSUMI

## (54) GRINDING BODY

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To uniformly and smoothly grind a surface of a semi-conductor substrate consisting of many dissimilar materials by containing the powder of the specific quality having the Moh's hardness and the mean grain size in the specific range in abrasive granules, and containing the binder having the functional group to capture metallic ions.

SOLUTION: An abrasive layer is provided on a flexible carrier such as a polyester film, in which the abrasive containing  $\geq 60\%$  powder of 40-1000 nm in mean grain size of at least one kind out of silica, zirconia, titanium oxide, cerium oxide, red iron oxide, and garnet which are 6-7 in Moh's hardness, is diffused in the binder. The binder contains the binder having the functional group to capture metallic ions. The means surface roughness Ra at the center line of the surface of the abrasive layer is preferably 1-5000 nm. The metallic ion pollution from the abrasive body when a metal is ground, is determined so that Na, K and Cr is respectively 150 ppb or less.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-188647

(43) 公開日 平成11年(1999) 7月13日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

B 2 4 D 11/00

B 2 4 D 11/00

B

3/34

3/34

Z

C 0 8 L 101/00

C 0 8 L 101/00

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号

特願平9-356802

(22) 出願日

平成9年(1997)12月25日

(71) 出願人 000005201

富士写真フイルム株式会社

神奈川県南足柄市中沼210番地

(72) 発明者 両毛 克己

神奈川県小田原市扇町2丁目12番1号 富

士写真フイルム株式会社内

(74) 代理人 弁理士 柳田 征史 (外1名)

(54) 【発明の名称】 研磨体

(57) 【要約】

【課題】 研磨体における研磨特性を改善して多くの異種材料からなる半導体基板表面を均一にかつ平滑に研磨できるようにする。

【解決手段】 研磨剤微粉末とバインダーからなる研磨層を可撓性支持体上に設けるについて、研磨剤微粒子がモース硬度6〜7で平均粒子サイズが40〜1000nmの粉体を60%以上含み、バインダーは金属イオンを捕捉する官能基をもつバインダーを含んでなる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 研磨剤微粉末とバインダーからなる研磨層を可撓性支持体上に設けてなる研磨体において、前記研磨剤微粒子がモース硬度6～7で平均粒子サイズが40～1000nmの粉体を60%以上含み、前記バインダーは金属イオンを捕捉する官能基をもつバインダーを含むことを特徴とする半導体研磨用の研磨体。

【請求項2】 前記研磨剤が、シリカ、ジルコニア、酸化チタン、酸化セリウム、ベンガラ、ガーネットの内の少なくとも一種を含むことを特徴とする請求項1に記載の研磨体。

【請求項3】 前記研磨層表面の中心線平均表面粗さRaが1～5000nmであること特徴とする請求項2に記載の研磨体。

【請求項4】 金属を研磨したときの研磨体からの金属イオン汚染量が、Na、K、Crが150ppb以下であることを特徴とする請求項2に記載の研磨体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、研磨剤をバインダーに分散してなる研磨層を可撓性支持体上に設けてなり、半導体金属特にアルミニウム、シリコン、銅、フォトレジスト材等で形成される半導体研磨用の研磨体に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来より、半導体の研磨は、研磨パッドと研磨剤含有の研磨スラリーを用いて研磨しているが、多くの異種材料を研磨するために、歩留まりなどにおいて必ずしも十分な結果が得られていない。つまり、研磨スラリーを使用するものでは研磨に寄与しない研磨剤が多くて研磨効率が低く、その効率化が要望されている。

【0003】また、被研磨体としての半導体シリコンウェハは、ガラスを用いているために、従来の磁気ヘッド研磨用の研磨体等で使用しているモース硬度が7を越える硬い研磨剤のみによるものでは、その粒子径を調整しても研磨面に傷が発生して良好な研磨を行うことができない。

【0004】また、特開平9-248771号公報等には、ガラスとセラミックとからなる硬度が異なる素材で構成された光コネクタフェルールの表面研磨用として、その硬度差に起因して研磨面に段差が生じるのを防止する研磨体の技術が開示されている。この研磨体は、研磨剤として平均粒子径が5～30μmのシリカ粒子を使用し、研磨層表面の中心線平均表面粗さRaが0.005～0.2μmとなるようにしたものである。

【0005】一方、磁気ヘッド又はハードディスク研磨用の研磨体として、特開平1-264776号公報に示されるものでは、その研磨剤としてモース硬度が5～7の第1の研磨剤と、モース硬度が8.5以上の第2の研磨剤とを混合使用し、その平均粒子径を0.07～0.40μm



としたものが開示されている。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかして、上記のような光コネクタフェルール又は磁気ヘッド研磨用の研磨体では、半導体の異種材料表面を段差を生じることなく平滑に研磨することは困難である。

【0007】つまり、半導体基板には、アルミニウム、シリコン、フォトレジスト樹脂、タングステン、銅、金などの多くの異種材料が含まれ、多層基板を作製するためには、これらを均一に研磨して平滑面を得る必要がある。

【0008】そこで、本発明は上記点に鑑みなされたものであって、可撓性支持体上に研磨剤微粉末とバインダーからなる研磨層を設けてなる研磨テープ、研磨シート等の研磨体における研磨特性を改善して多くの異種材料からなる半導体基板表面を均一にかつ平滑に研磨できるようにした研磨体を提供せんとするものである。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決した本発明の研磨体は、研磨剤微粉末とバインダーからなる研磨層を可撓性支持体上に設けてなり、前記研磨剤微粒子がモース硬度6～7で平均粒子サイズが40～1000nmの粉体を60%以上含み、前記バインダーは金属イオンを捕捉する官能基をもつバインダーを含むことを特徴とするものである。

【0010】なお、前記研磨剤微粉末は、シリカ（モース硬度7）、ジルコニア（モース硬度7）、酸化チタン（モース硬度6～7）、酸化セリウム（モース硬度7）、ベンガラ（モース硬度6）、ガーネット（モース硬度7）の内の少なくとも一種を含むものが好適である。また、前記研磨層表面の中心線平均表面粗さRaを1～5000nmとするのが望ましい。

【0011】一方、金属を研磨したときの研磨体からの金属イオン汚染量が、Na、K、Crが150ppb以下となるように設けるのが好ましい。

【0012】なお、前記バインダーにおける金属イオンを捕捉する官能基としては、酸性官能基、又は、キレート効果のある官能基が好適である。

## 【0013】

【発明の効果】上記のような本発明によれば、研磨層における研磨剤微粒子がモース硬度6～7で平均粒子サイズが40～1000nmの粉体を60%以上含むことにより、多くの異種材料からなる半導体基板表面を研磨後における中心線平均表面粗さRaが5nm以下となるような段差の小さい超平滑面とすることができる。

【0014】その際、モース硬度6～7のシリカ、ジルコニア、酸化チタン、酸化セリウム、ベンガラ、ガーネットの少なくとも一種を含む研磨剤を60%以上含むことで、その硬度が半導体に近似し、適度な研磨時間で研磨制御が容易に行える。

【0015】特に、研磨層の表面の中心線平均表面粗さRaを1~5000nmとすると、被研磨体のさらなる超平滑面が得られる。

【0016】また、研磨層のバインダーに金属イオンを捕捉する官能基をもつバインダーを含むことにより、研磨体の不純物イオンをコントロール若しくは研磨層中に保持ないしは低減することで、金属を研磨したときの研磨体からの金属イオン汚染量が、Na、K、Crで150ppb以下とすることができる。これにより、半導体に注入されるイオンがキャリア電子の寿命を減少させることが防止できる。

【0017】さらに研磨体による被研磨体の研磨であることで、研磨スラリーを使用するものに比べて歩留まりが高く効率のよい研磨が行える。

【0018】

【発明の実施の形態】以下に、本発明の研磨体の実施の形態を示し、本発明をさらに詳細に説明する。

【0019】本発明の研磨体は、ポリエステルフィルム等による可撓性支持体上に、モース硬度6~7のシリカ、ジルコニア、酸化チタン、酸化セリウム、ベンガラ、ガーネットの少なくとも一種による平均粒子サイズが40~1000nmの研磨剤を60%以上含む研磨剤を、バインダーに分散した研磨層を設けてなり、上記バインダーは金属イオンを捕捉する官能基をもつバインダーを含むものである。また、前記研磨層表面の中心線平均表面粗さRaは、1~5000nmである。

【0020】一方、金属を研磨したときの研磨体からの金属イオン汚染量が、Na、K、Crが150ppb以下となるように設けるものであり、前記バインダーにおける金属イオンを捕捉する官能基としては、酸性官能基、又は、キレート効果のある官能基であり、これらの官能基を有する化合物をバインダーとして使用する。

【0021】また、被研磨体（半導体基板）の研磨においては、研磨体若しくは被研磨体の少なくとも一方を回転させた状態でを行い、回転速度は10rpm以上で、研磨体の送り速度は10mm/min以上で行う。この研磨体の移動により研磨かすを除去する効果も有する。

【0022】本発明の研磨層で用いられる研磨剤微粉末は、粉体総量の60%以上がモース硬度6~7でかつ平均粒子サイズが40~1000nmの研磨剤を含む。このモース硬度6~7の研磨剤としては、シリカ（モース硬度7）、ジルコニア（モース硬度7）、酸化チタン（モース硬度6~7）、酸化セリウム（モース硬度7）、ベンガラ（モース硬度6）、ガーネット（モース硬度7）の内の少なくとも一種である。

【0023】研磨層に配合する上記以外の粉体（研磨剤）は、一般的に研磨作用若しくは琢磨作用をもつ材料で、 $\alpha$ -アルミナ、 $\gamma$ -アルミナ、 $\alpha$ 、 $\gamma$ -アルミナ、熔融アルミナ、炭化珪素、酸化クロム、コランダム、人造ダイヤモンド、ダイヤモンド、 $\alpha$ -酸化鉄、窒化珪

素、窒化硼素、炭化モリブデン、炭化硼素、炭化タングステン、チタンカーバイド等で、主としてモース硬度7以上の材料が1内至4種迄の組み合わせで使用できる。これらの研磨剤は平均粒子サイズが40~1000nmの大きさのものが使用される。これらの研磨剤は、研磨層の場合研磨剤100重量部に対してバインダー10~1000重量部の範囲で用いられる。

【0024】研磨剤の具体例としては、住友化学社製のAKP1、AKP15、AKP20、AKP30、AKP50、AKP80、Hit50、Hit100などが挙げられる。これらについては特公昭52-28642号、特公昭49-39402号、特開昭63-98828号、米国特許3687725号、米国特許3007807号、米国特許3041196号、米国特許3293066号、米国特許3630910号、米国特許3833412号、米国特許4117190号、英国特許1145349号、西独特許853211号等に記載されている。

【0025】本発明の研磨層に使用されるバインダーとしては、従来公知の熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、反応型樹脂、電子線硬化型樹脂、紫外線硬化型樹脂、可視光線硬化型樹脂やこれらの混合物が使用される。

【0026】熱可塑性樹脂としては、軟化温度が200℃以下、平均分子量が10000~300000、重合度が約50~2000程度のものでより好ましくは200~800程度である。例えば塩化ビニル酢酸ビニル共重合体、塩化ビニル共重合体、塩化ビニル酢酸ビニルビニルアルコール共重合体、塩化ビニルビニルアルコール共重合体、塩化ビニル塩化ビニリデン共重合体、塩化ビニルアクリロニトリル共重合体、アクリル酸エステルアクリロニトリル共重合体、アクリル酸エステル塩化ビニリデン共重合体、アクリル酸エステルスチレン共重合体、メタクリル酸エステルアクリロニトリル共重合体、メタクリル酸エステル塩化ビニリデン共重合体、メタクリル酸エステルスチレン共重合体、ウレタンエラストマー、ナイロン-シリコン系樹脂、ニトロセルロース-ポリアミド樹脂、ポリフッカビニル、塩化ビニリデンアクリロニトリル共重合体、ブタジエンアクリロニトリル共重合体、ポリアミド樹脂、ポリビニルブチラール、セルロース誘導体（セルロースアセテートブチレート、セルロースダイアセテート、セルローストリアセテート、セルロースプロピオネート、ニトロセルロース、エチルセルロース、メチルセルロース、プロピルセルロース、メチルエチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、アセチルセルロース等）、スチレンブタジエン共重合体、ポリエステル樹脂、ポリカーボネート樹脂、クロロビニルエーテルアクリル酸エステル共重合体、アミノ樹脂、ポリアミド樹脂など各種の合成ゴム系の熱可塑性樹脂およびこれらの混合物等が使用される。

【0027】これらの樹脂の例示は、特公昭37-68

77号、特公昭39-12528号、特公昭39-19282号、特公昭40-5349号、特公昭40-20907号、特公昭41-9463号、特公昭41-14059号、特公昭41-16985号、特公昭42-6428号、特公昭42-11621号、特公昭43-4623号、特公昭43-15206号、特公昭44-2889号、特公昭44-17947号、特公昭44-18232号、特公昭45-14020号、特公昭45-14500号、特公昭47-18573号、特公昭47-22063号、特公昭47-22064号、特公昭47-22068号、特公昭47-22069号、特公昭47-22070号、特公昭47-27886号、特開昭57-133521、特開昭58-137133、特開昭58-166533、特開昭58-222433、特開昭59-58642等、米国特許4571364号、米国特許4752530号の公報等に記載されている。

【0028】熱硬化性樹脂または反応型樹脂としては、塗布液の状態では20000以下の分子量であり、塗布、乾燥後に加熱加湿することにより、縮合、付加等の反応により分子量が無限大となるものが好適である。また、これらの樹脂のなかで、樹脂が熱分解するまでの間に軟化または溶融しないものが好ましい。具体的には例えばフェノール樹脂、フェノキシ樹脂、エポキシ樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタンポリカーボネート樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、アルキッド樹脂、シリコン樹脂、アクリル系反応樹脂（電子線硬化樹脂）、エポキシ-ポリアミド樹脂、ニトロセルロースメラミン樹脂、高分子量ポリエステル樹脂とイソシアネートブレポリマーの混合物、メタクリル酸塩共重合体とジイソシアネートブレポリマーの混合物、ポリエステルポリオールとポリイソシアネートとの混合物、尿素ホルムアルデヒド樹脂、低分子量グリコール/高分子量ジオール/トリフェニルメタントリイソシアネートの混合物、ポリアミン樹脂、ポリイミン樹脂およびこれらの混合物等である。

【0029】これらの樹脂の例示は特公昭39-8103号、特公昭40-9779号、特公昭41-7192号、特公昭41-8016号、特公昭41-14275号、特公昭42-18179号、特公昭43-12081号、特公昭44-28023号、特公昭45-14501号、特公昭45-24902号、特公昭46-13103号、特公昭47-22065号、特公昭47-22066号、特公昭47-22067号、特公昭47-22072号、特公昭47-22073号、特公昭47-28045号、特公昭47-28048号、特公昭47-28922号等の公報に記載されている。

【0030】これらの熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、反応型樹脂は、主たる官能基以外に官能基としてカルボン酸(COOM)、スルフィン酸、スルフェン酸、スルホ

ン酸(SO<sub>3</sub>M)、燐酸(PO(OM)(OM))、ホスホン酸、硫酸(OSO<sub>3</sub>M)、及びこれらのエステル基等の酸性基(MはH、アルカリ金属、アルカリ土類金属、炭化水素基)、アミノ酸類；アミノスルホン酸類、アミノアルコールの硫酸または燐酸エステル類、アルキルペタイン型等の両性類基、アミノ基、イミノ基、イミド基、アミド基等、また、水酸基、アルコキシ基、チオール基、アルキルチオ基、ハロゲン基(F、Cl、Br、I)、シリル基、シロキサン基、エボキシ基、イソシアナト基、シアノ基、ニトリル基、オキソ基、アクリル基、フォスフィン基を通常1種以上6種以内含み、各々の官能基は樹脂1gあたり $1 \times 10^{-8} \text{ eq} \sim 1 \times 10^{-2} \text{ eq}$ 含むことが好ましい。

【0031】そして、本発明の研磨層のバインダーには上記バインダーが使用できるが、更に、金属イオンを捕捉する官能基をもつバインダーを含むものである。この金属イオンを捕捉する官能基としては、例えば、酸性官能基、又は、キレート効果のある官能基である。この官能基により、研磨体の不純物イオンをコントロール若しくは研磨層中に保持しないしは低減することで、金属を研磨したときの研磨体からの金属イオン汚染量が、Na、K、Crで150ppb以下となるように上記金属イオンを捕捉する官能基量を設定する。この金属イオンを捕捉する官能基をもつバインダーの例としては、特公平5-9843号に記載されている、塩化ビニル/酢酸ビニル/2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸；共重合比90.0:7.5:2.5、SO<sub>3</sub>H100重量%のものが挙げられる。

【0032】なお、上記金属イオンを捕捉する官能基をもつバインダーは塩になっていないフリーの極性基(例えば-SO<sub>3</sub>H)が好ましいが、塩になっている極性基(例えば-SO<sub>3</sub>Na)を部分的に有していても金属イオンを捕捉する能力があれば使用することができる。具体的には、フリーの極性基は全極性基の10重量%以上含まれていることが好ましく、30重量%以上含まれていることが更に好ましい。

【0033】本発明の研磨層に用いるポリイソシアネートとしては、トリレンジイソシアネート、4・4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、ナフチレン-1・5-ジイソシアネート、o-トルイジイソシアネート、イソホロジイソシアネート、トリフェニルメタントリイソシアネート、イソホロジイソシアネート等のイソシアネート類、当該イソシアネート類とポリアルコールとの生成物、イソシアネート類の縮合によって生成した2~10量体のポリイソシアネート、ポリイソシアネートとポリウレタンとの生成物で末端官能基がイソシアネートであるもの等を使用することができる。これらポリイソシアネート類の平均分子量は100~20000のものが好適である。



【0034】これらポリイソシアネートの市販されている商品名としては、コロネートL、コロネートHL、コロネート2030、コロネート2031、ミリオネートMR、ミリオネートMTL（以上日本ポリウレタン社製）、タケネートD-102、タケネートD-110N、タケネートD-200、タケネートD-202、タケネート300S、タケネート500（以上武田薬品社製）、スミジュールT-80、スミジュール44S、スミジュールPF、スミジュールL、スミジュールN、デスモジュールL、デスモジュールIL、デスモジュールN、デスモジュールHL、デスモジュールT65、デスモジュール15、デスモジュールR、デスモジュールRF、デスモジュールSL、デスモジュールZ4273

（以上住友バイエル社製）等があり、これらを単独若しくは硬化反応性の差を利用して二つ若しくはそれ以上の組み合わせによって使用することができる。

【0035】また、硬化反応を促進する目的で、水酸基（ブタンジオール、ヘキサジオール、分子量が1000～10000のポリウレタン、水等）、アミノ基（モノメチルアミン、ジメチルアミン、トリメチルアミン等）を有する化合物や金属酸化物の触媒や鉄アセチルアセトネート等の触媒を併用することもできる。これらの水酸基やアミノ基を有する化合物は多官能であることが望ましい。これらポリイソシアネートは研磨層、バック層ともバインダー樹脂とポリイソシアネートの総量100重量部あたり2～70重量部で使用することが好ましく、より好ましくは5～50重量部である。これらの例示は特開昭60-131622号、特開昭61-74138号等の公報において示されている。

【0036】その他、研磨層中には各種の機能を持った化合物が添加剤として添加される。例えば、分散剤、潤滑剤、帯電防止剤、酸化防止剤、防敵剤、着色剤、溶剤等が加えられる。

【0037】本発明の研磨層に使用される粉末状潤滑剤としては、グラファイト、二硫化モリブデン、窒化硼素、弗化黒鉛、炭酸カルシウム、硫酸バリウム、酸化珪素、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化錫、二硫化タングステン等の無機微粉末、アクリルスチレン系樹脂微粉末、ベンゾグアナミン系樹脂微粉末、メラミン系樹脂微粉末、ポリオレフィン系樹脂微粉末、ポリエステル系樹脂微粉末、ポリアミド系樹脂微粉末、ポリイミド系樹脂微粉末、ポリフッカエチレン系樹脂微粉末等の樹脂微粉末等がある。

【0038】また有機化合物系潤滑剤としては、シリコンオイル（ジアルキルポリシロキサン、ジアルコキシポリシロキサン、フェニルポリシロキサン、フルオロアルキルポリシロキサン（信越化学社製KF96、KF69等））、脂肪酸変性シリコンオイル、フッ素アルコール、ポリオレフィン（ポリエチレンワックス、ポリプロピレン等）、ポリグリコール（エチレングリコール、ポ

リエチレンオキシドワックス等）、テトラフルオロエチレンオキシドワックス、ポリテトラフルオログリコール、パーフルオロアルキルエーテル、パーフルオロ脂肪酸、パーフルオロ脂肪酸エステル、パーフルオロアルキル硫酸エステル、パーフルオロアルキルスルホン酸エステル、パーフルオロアルキルベンゼンスルホン酸エステル、パーフルオロアルキル燐酸エステル等の弗素や珪素を導入した化合物、アルキル硫酸エステル、アルキルスルホン酸エステル、アルキルホスホン酸トリエステル、アルキルホスホン酸モノエステル、アルキルホスホン酸ジエステル、アルキル燐酸エステル、琥珀酸エステル等の有機酸および有機酸エステル化合物、トリアザインドリジン、テトラアザインデン、ベンゾトリアゾール、ベンゾトリアジン、ベンゾジアゾール、EDTA等の窒素・硫黄を含む複素（ヘテロ）環化合物、炭素数10～40の一塩基性脂肪酸と炭素数2～40個の一価のアルコールもしくは二価のアルコール、三価のアルコール、四価のアルコール、六価のアルコールのいずれか1つもしくは2つ以上とからなる脂肪酸エステル類、炭素数10個以上の一塩基性脂肪酸と該脂肪酸の炭素数と合計して炭素数が11～70個となる一価～六価のアルコールからなる脂肪酸エステル類、炭素数8～40の脂肪酸或いは脂肪酸アミド類、脂肪酸アルキルアミド類、脂肪族アルコール類も使用できる。

【0039】これら化合物の具体的な例としては、カプリル酸ブチル、カプリル酸オクチル、ラウリン酸エチル、ラウリン酸ブチル、ラウリン酸オクチル、ミリスチン酸エチル、ミリスチン酸ブチル、ミリスチン酸オクチル、ミリスチン酸2エチルヘキシル、パルミチン酸エチル、パルミチン酸ブチル、パルミチン酸オクチル、パルミチン酸2エチルヘキシル、ステアリン酸エチル、ステアリン酸ブチル、ステアリン酸イソブチル、ステアリン酸オクチル、ステアリン酸2エチルヘキシル、ステアリン酸アミル、ステアリン酸イソアミル、ステアリン酸2エチルペンチル、ステアリン酸2ヘキシルデシル、ステアリン酸イソトリデシル、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アルキルアミド、ステアリン酸ブトキシエチル、アンヒドロソルビタンモノステアレート、アンヒドロソルビタンジステアレート、アンヒドロソルビタントリステアレート、オレイルオレート、オレイルアルコール、ラウリルアルコール、モンタンワックス、カルナウバワックス等があり単独若しくは組み合わせ使用できる。

【0040】また本発明に使用される潤滑剤としては、潤滑油添加剤も単独若しくは組み合わせで使用でき、防錆剤として知られている酸化防止剤（アルキルフェノール、ベンゾトリアジン、テトラアザインデン、スルファミド、グアニジン、核酸、ビリジン、アミン、ヒドロキノン、EDTA等の金属キレート剤）、錆止め剤（ナフテン酸、アルケニルコハク酸、燐酸、ジラウリルフォス



フェート等)、油性剤(ナタネ油、ラウリルアルコール等)、極圧剤(ジベンジルスルフィド、トリクレシルフォスフェート、トリブチルホスファイト等)、清浄分散剤、粘度指数向上剤、流動点降下剤、泡どめ剤等がある。これらの潤滑剤はバインダー100重量部に対して0.01~30重量部の範囲で添加される。これらについては、特公昭43-23889号、特公昭48-24041号、特公昭48-18482号、特公昭44-18221、特公昭47-28043号、特公昭57-56132、特開昭59-8136号、特開昭59-8139号、特開昭61-85621号、米国特許3423233号、米国特許3470021号、米国特許3492235号、米国特許3497411号、米国特許3523086号、米国特許3625760号、米国特許3630772号、米国特許3634253号、米国特許3642539号、米国特許3687725号、米国特許4135031号、米国特許4497864号、米国特許4552794号、アイビーエムテクニカル ディスクロジャブリテン(IBM Technical Disclosure Bulletin) Vol. 9, No7, p779(1966年12月)、エレクトロニク(ELEKTRONIK)1961年No12, p380、化学便覧、応用編、p954-967、1980年丸善株発行等に記載されている。

【0041】本発明に使用する分散剤、分散助剤としては、カプリル酸、カプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、エライジン酸、リノール酸、リノレン酸、ステアロール酸、ベヘン酸、マレイン酸、フタル酸等の炭素数2~40個の脂肪酸( $R_1COOH$ 、 $R_1$ は炭素数1~39個のアルキル基、フェニル基、アラルキル基)、前記の脂肪酸のアルカリ金属(Li、Na、K、 $NH_4^+$ 等)またはアルカリ土類金属(Mg、Ca、Ba等)、Cu、Pb等からなる金属石鹸(オレイン酸銅)、脂肪酸アミド；レシチン(大豆油レシチン)等が使用される。この他に炭素数4~40の高級アルコール(ブタノール、オクチルアルコール、ミリスチルアルコール、ステアシルアルコール)及びこれらの硫酸エステル、スルホン酸、フェニルスルホン酸、アルキルスルホン酸、スルホン酸エステル、燐酸モノエステル、燐酸ジエステル、燐酸トリエステル、アルキルホスホン酸、フェニルホスホン酸、アミン化合物等も使用可能である。また、ポリエチレングリコール、ポリエチレンオキサイド、スルホ琥珀酸、スルホ琥珀酸金属塩、スルホ琥珀酸エステル等も使用可能である。これらの分散剤は通常一種以上で用いられ、一種類の分散剤はバインダー100重量部に対して0.005~20重量部の範囲で添加される。これら分散剤の使用方法は、研磨剤や非研磨微粉末の表面に予め被着させてもよく、また分散途中で添加してもよい。このようなものは、例えば特公昭39-28369号、特公昭4

4-17945号、特公昭44-18221号、特公昭48-7441号、特公昭48-15001号、特公昭48-15002号、特公昭48-16363号、特公昭49-39402号、米国特許3387993号、同3470021号等において示されている。

【0042】本発明に用いる防微剤としては、2-(4-チアゾリル)-ベンズイミダゾール、N-(フルオロジクロロメチルチオ)-フタルイミド、10・10'-オキシビスフェノキサルシン、2・4・5・6テトラクロロイソフタロニトリル、P-トリルジヨードメチルスルホン、トリヨードアリルアルコール、ジヒドロアセト酸、フェニルオレイン酸水銀、酸化ビス(トリブチル錫)、サルチルアニライド等がある。このようなものは、例えば「微生物災害と防止技術」1972年工学図書、「化学と工業」32, 904(1979)等において示されている。

【0043】本発明に用いる帯電防止剤としては、カーボンブラックが使用でき、例えば、ゴム用ファーネス、ゴム用サーマル、カラー用ブラック、アセチレンブラック等を用いることができる。その比表面積は5~500  $m^2/g$ 、DBP吸油量は10~400  $ml/100g$ 、pHは2~10、含水率は0.1~10%、タップ密度は0.1~1  $g/cm^3$ であるのが好ましい。このカーボンブラックの具体的な例としては、キャボット社製：BLACKPEARLS 2000, 1300, 1000, 900, 800, 700、三菱化成工業社製：650B, 950B, 3250B, 850, 900, 960, 980, 1000, 2300, 2400, 2600等があげられる。また、カーボンブラックを分散剤等で表面処理したり、樹脂でグラファイト化したものを用いることもできる。

【0044】本発明に用いるカーボンブラック以外の帯電防止剤としては、グラファイト、変性グラファイト、カーボンブラックグラフトポリマー、酸化錫-酸化アンチモン、酸化錫、酸化チタン-酸化錫-酸化アンチモン等の導電性粉末；サポニン等の天然界面活性剤；アルキレンオキサイド系、グリセリン系、グリシドール系、多価アルコール、多価アルコールエステル、アルキルフェノールEO付加体等のノニオン界面活性剤；高級アルキルアミン類、環状アミン、ヒダントイン誘導体、アミドアミン、エステルアミド、第四級アンモニウム塩類、ビリジンそのほかの複素環類、ホスホニウムまたはスルホニウム類等のカチオン界面活性剤；カルボン酸、スルホン酸、ホスホン酸、燐酸、硫酸エステル基、ホスホン酸エステル、燐酸エステル基などの酸性基を含むアニオン界面活性剤；アミノ酸類；アミノスルホン酸類、アミノアルコールの硫酸または燐酸エステル類、アルキルベタイン型等の両性界面活性剤等が使用される。

【0045】これら帯電防止剤として使用し得る界面活性剤化合物例の一部は、特開昭60-28025号、米

国特許2271623号、同2240472号、同2288226号、同2676122号、同2676924号、同2676975号、同2691566号、同2727860号、同2730498号、同2742379号、同2739891号、同3068101号、同3158484号、同3201253号、同3210191号、同3294540号、同3415649号、同3441413号、同3442654号、同3475174号、同3545974号、西独特許公開(OLS)1942665号、英国特許1077317号、同1198450号等をはじめ、小田良平他著「界面活性剤の合成とその応用」(横書店1972年版); A. W. ベイリ著「サーフェス アクティブ エージェント」(インターサイエンス パブリケーション コーポレイテッド1985年版); T. P. シスリー著「エンサイクロペディア オブ サーフェスアクティブ エージェント、第2巻」(ケミカルパブリッシュカンパニー1964年版); 「界面活性剤便覧」第六刷(産業図書株式会社、昭和41年12月20日); 丸茂秀雄著「帯電防止剤」幸書房(1968)等に記載されている。

【0046】これらの界面活性剤は単独または混合して添加してもよい。研磨体における、これらの界面活性剤の使用量は、研磨剤100重量部当たり0.01~10重量部である。またバック層での使用量はバインダー100重量部当たり0.01~30重量部である。これらは帯電防止剤として用いられるものであるが、時としてそのほかの目的、例えば分散の改良、潤滑性の改良、塗布助剤、湿潤剤、硬化促進剤、分散促進剤として適用される場合もある。

【0047】本発明の分散、混練、塗布の際に使用する有機溶媒としては、任意の比率でアセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノン、イソホロン、テトラヒドロフラン等のケトン系; メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、イソブチルアルコール、イソプロピルアルコール、メチルシクロヘキサノールなどのアルコール系; 酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸ブチル、酢酸イソブチル、酢酸イソプロピル、乳酸エチル、酢酸グリコールモノエチルエーテル等のエステル系; ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、グリコールジメチルエーテル、グリコールモノエチルエーテル、ジオキサンなどのエーテル系; ベンゼン、トルエン、キシレン、クレゾール、クロルベンゼン、スチレンなどのタール系(芳香族炭化水素); メチレンクロライド、エチレンクロライド、四塩化炭素、クロロホルム、エチレンクロルヒドリン、ジクロルベンゼン等の塩素化炭化水素、N・N-ジメチルホルムアルデヒド、ヘキサノール等が使用できる。またこれら溶媒は通常任意の比率で2種以上で用いる。また1重量%以下の量で微量の不純物(その溶媒自身の重合物、水分、原料成分等)を含んでもよい。有機溶媒の代わりに水系溶媒

(水、アルコール、アセトン等)を使用することもできる。

【0048】研磨層の形成は上記の組成などを任意に組合せて有機溶媒に溶解し、塗布溶液として支持体上に塗布・乾燥する。この支持体は可撓性を有し、厚みが50~300 $\mu$ m程度(ディスクもしくはカード状の場合は厚みが0.03~10mm程度)である。素材としてはポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート等のポリエステル類、ポリプロピレン等のポリオレフィン類、セルローストリアセテート、セルロースダイアセテート等のセルロース誘導体、ポリ塩化ビニル等のビニル系樹脂類、ポリカーボネート、ポリイミド、ポリアミド、ポリスルホン等のプラスチックのほかアルミニウム、銅等の金属、ガラス等のセラミックス、紙等も使用できる。これらの支持体は塗布に先立って、コロナ放電処理、プラズマ処理、下塗処理、熱処理、除塵埃処理、金属蒸着処理、アルカリ処理を行ってもよい。これら支持体に関しては、例えば、西独特許3338854A、特開昭59-116926号、特開昭61-129731号、米国特許4388368号; 三石幸夫著、「繊維と工業」31巻、p50~55、1975年などに記載されている。これら支持体の中心線平均表面粗さRaは0.001~5.0 $\mu$ mが好ましい。またこれら支持体のヤング率(E5値)は目的に応じて、幅方向、長手方向とも2~30Kg/mm<sup>2</sup>(1Kg/m<sup>2</sup>=9.8Pa)を選択することができる。

【0049】分散、混練の方法には特に制限はなく、また各成分の添加順序(樹脂、粉体、潤滑剤、溶媒等)、分散・混練中の添加位置、分散温度(0~80℃)などは適宜設定することができる。研磨塗料の調製には通常の混練機、例えば、二本ロールミル、三本ロールミル、ボールミル、ペブルミル、トロンミル、サンドグライnder、ツェグバリ(Szegvari)アトライター、高速インペラー、分散機、高速ストーンミル、高速度衝撃ミル、ディスパー、ニーダー、高速ミキサー、リボンブレンダー、コニーダー、インテンシブミキサー、タンブラー、ブレンダー、ディスパーザー、ホモジナイザー、単軸スクリュウ押し出し機、二軸スクリュウ押し出し機、及び超音波分散機などを用いることができる。通常分散・混練にはこれらの分散・混練機を複数備え、連続的に処理を行う。混練分散に関する技術の詳細は、T. C. PATTON著(デー. シー. パットン) "Paint Flow and Pigment Dispersion" (ペイントフロー アンド ピグメント ディスパージョン) 1964年 John Wiley & Sons社発行(ジョン ウイリー アンド サンズ) や田中信一著「工業材料」25巻37(1977) などや当該書籍の引用文献に記載されている。これら分散、混練の補助材料として分散・混練を効率よく進めるため、球相当径で10cm $\phi$ ~0.05mm $\phi$ の



径のスチールボール、スチールビーズ、セラミックビーズ、ガラスビーズ、有機ポリマービーズを用いることができる。またこれら材料は球形に限らない。また、米国特許第2581414号及び同第2855156号などの明細書にも記載がある。本発明においても上記の書籍や当該書籍の引用文献などに記載された方法に準じて混練分散を行い研磨層塗布液を調製することができる。

【0050】支持体上へ前記の研磨層を塗設する方法としては、加熱溶融状態で支持体と共に同時押し出し（共押し出し）を行うか、下地（支持体）を押し出し成膜した後に、その上側に研磨層を塗設する。上記のようにして支持体上に研磨層を積層した後、加熱延伸するものであり、120～160℃で配向延伸した後、冷却し巻き取る。この延伸は縦横単独か、縦横両方に行う。

【0051】研磨体が研磨テープの場合には、作製した研磨テープを裁断したあと所望のプラスチックや金属のリールに巻き取る。巻き取る直前ないしはそれ以前の工程において研磨テープその他の研磨体をバーニッシュおよび／またはクリーニングすることが望ましい。バーニッシュは研磨体の表面粗度と研磨力を制御するために具体的にサファイア刃、剃刀刃、超硬材料刃、ダイヤモンド刃、セラミックス刃のような硬い材料により研磨面の突起部分をそきおとし均一にもしくは平滑にする。これら材料のモース硬度は8以上が好ましいが特に制限はなく突起を除去できるものであれば良い。これら材料の形状は特に刃である必要はなく、角型、丸型、ホイール（回転する円筒形状の周囲にこれらの材質を付与しても良い）のような形状でも使用できる。また研磨体のクリーニングは、研磨体表面の汚れや余分な潤滑剤を除去する目的で研磨体表面を不織布などでワイピングすることにより行う。このようなワイピングの材料としては、例えば日本バイリーン社製の各種バイリーンや東レ社製のトレシー、エクセース、商品名キムワイプ、富士写真フイルム社製の各種研磨体、また不織布はナイロン製不織布、ポリエステル製不織布、レーヨン製不織布、アクリロニトリル製不織布、混紡不織布など、ティッシュペーパー等が使用できる。これらは例えば特公昭46-39309号、特公昭58-46768号、特開昭56-90429号、特公昭58-46767号、特開昭63-259830号、特開平1-201824号等にも記載されている。

【0052】本発明に使用される研磨剤、バインダー、添加剤（潤滑剤、分散剤、帯電防止剤、表面処理剤、カーボンブラック、研磨剤、遮光剤、酸化防止剤、防蝕剤等）、溶剤及び支持体（下塗層、バック層、バック下塗層を有してもよい）或いはその製法に関しては、特公昭\*

[研磨層用塗布液組成：A]

研磨剤（材質：X、平均粒子サイズ0.1μm）

100部

バインダー（ポリエステルポリウレタン：ネオペンチルグリコール

／カプロラクトン／フタル酸／ジフェニルメタン



\*56-26890号等に記載されている製造方法等を参考にできる。

【0053】

【実施例】以下に、本発明の実施例および比較例を示し、その特性を評価する。なお、実施例中の「部」は「重量部」を示す。

【0054】＜実施例1～5＞厚さ125μmのポリエチレンテレフタレートによる支持体上に下塗り層を設け、その上に下記組成Aを均一に混練分散し、粘度調整し、硬化剤を混入した研磨層用塗布液を塗布し乾燥させて研磨層を設け、所定の大きさに切り出して研磨体の試料を作製した。

【0055】各実施例1～4は、下記表1に示すように、研磨剤がシリカ（平均粒子サイズ：0.1μm）で、バインダーの官能基（スルホン酸基）の量（Y×10<sup>-4</sup>当量/g）が異なるもので、実施例5は研磨剤が酸化チタン（平均粒子サイズ：0.1μm）で、官能基は実施例1と同様である。なお、上記バインダーの官能基は全量がフリーな官能基（SO<sub>3</sub>H）である。

【0056】上記実施例の研磨体によって、アルミニウムとシリカを同時に研磨して、研磨面の段差を測定すると共に、シリコン表面の研磨を行い研磨後のシリコン表面の金属イオン濃度を測定した結果を下記表1に示す。

【0057】＜比較例1～4＞表1には、比較例1～4の研磨体による同様の研磨テストを行った結果を併記している。比較例1は、前記実施例1～4に対し金属イオンを捕捉する官能基を含まないバインダーの例であり、比較例2、3はモース硬度が8又は9と高い研磨剤の例であり、比較例4はモース硬度が5と低い研磨剤の例であり、比較例2～4のバインダーは実施例1と同様である。

【0058】表1の結果から、本発明実施例1～5による研磨体では、異種材料の同時研磨における段差は3～5nmと小さく平滑で良好な研磨が行え、研磨後のシリコン表面の金属イオン濃度も80～100ppbと汚染量が小さな値で良好な結果が得られている。これに対し、比較例1ではバインダーに金属イオンを捕捉する官能基を含まないことで、段差は小さいがシリコン表面の金属イオン汚染量が大きな値となっている。また、研磨剤のモース高度が高い比較例2及び3では、段差が大きな値となって平滑性が得られていない共に、シリコン表面の金属イオン汚染量も大きな値となっている。さらに、研磨剤のモース高度が低い比較例4では、段差は小さな値であるが、シリコン表面の金属イオン汚染量が大きな値となっている。

【0059】

ジイソシアネート = 3 / 2.1 / 4.7 / 1.0 モル,

SO<sub>3</sub>H100重量%含有, 含有量  $Y \times 10^{-4}$  eq/g)

バインダー (イソシアネート)

分散剤 (スルホ琥珀酸エステル)

希釈剤 (メチルエチルケトン)

10部

2部

0.1部

150部

【0060】

\* \* 【表1】

	研 磨 剤		官能基量 $Y \times 10^{-4}$ eq/g	段 差 nm	金属イオン濃度 ppb
	材質 X	モース硬度			
実施例 1	シリカ	7	10	5	100
実施例 2	シリカ	7	4	5	100
実施例 3	シリカ	7	1	5	90
実施例 4	シリカ	7	0.1	5	100
実施例 5	酸化チタン	6	0.1	3	80
比較例 1	シリカ	7	なし	5	2500
比較例 2	酸化クロム	8	10	45	700
比較例 3	アルミナ	9	10	50	1200
比較例 4	$\gamma$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	10	0	5000

【0061】表1における研磨条件は、被研磨物を100rpmで回転させ、研磨体送り速度を100mm/minとし、研磨時間は30秒間である。段差測定試験は、アルミニウムとシリカの測定面をまず平坦に研磨した後、この平坦面を横に合わせて同時に上記条件で研磨し、研

磨後のアルミニウムとシリカの研磨面段差を測定したものである。また、金属イオン濃度の測定は、シリコン表面を上記条件で研磨を30秒行い、このシリコン表面の金属イオン濃度を測定したものである。

